МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

## Определение оксида марганца (II)

Издание официальное

БЗ 1—2000/771

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 13 «Неметаллоруд»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 19 от 24 мая 2001 г.)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|---|---|
| Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| Республика Армения | Армгосстандарт |
| Республика Беларусь | Госстандарт Республики Беларусь |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Кыргызская Республика | Кыргызстандарт |
| Республика Молдова | Молдовастандарт |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Таджикистан | Таджикстандарт |
| Туркменистан | Главгосслужба «Туркменстандартлары» |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 30 июля 2001 г. № 300-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 19728.9—2001 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 марта 2002 г.

© ИПК Издательство стандартов, 2001

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения . . . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . . . 1
3 Общие требования . . . . . 1
4 Аппаратура, реактивы и растворы . . . . . 1
5 Подготовка к анализу . . . . . 2
6 Проведение анализа . . . . . 2
7 Обработка результатов . . . . . 3

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ТАЛЬК И ТАЛЬКОМАГНЕЗИТ

## Определение оксида марганца (II)

Talc and talcomagnesite. Method for determination of manganese (II) oxide

Дата введения 2002—03—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на микротальк, молотые тальк и талькомагнезит и устанавливает фотометрический метод определения оксида марганца (II).

Сущность метода заключается в окислении марганца до перманганат-иона в кислой среде периодатом калия.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 83—79 Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4461—77 Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 6563—75 Изделия технические из благородных металлов и сплавов. Технические условия

ГОСТ 19728.0—2001 Тальк и талькомагнезит. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 19730—74 Тальк и талькомагнезит. Метод отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний

ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 22867—77 Аммоний азотнокислый. Технические условия

## 3 Общие требования

3.1 Отбор проб — по ГОСТ 19730.

3.2 Общие требования к методу определения оксида марганца (II)— по ГОСТ 19728.0.

## 4 Аппаратура, реактивы и растворы

Электропечь сопротивления камерная с терморегулятором, обеспечивающая нагрев до 900 °С.

Фотоэлектроколориметр.

Мешалка магнитная.

Колбы мерные по ГОСТ 1770.

Издание официальное

Чашки (тигли) платиновые по ГОСТ 6563.

Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83, высушенный при 150 — 170 °С.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199, обезвоженный при 360 — 380 °С.

Смесь борно-содовая для сплавления, приготовленная тщательным растиранием двух частей безводного углекислого натрия и одной части тетраборнокислого натрия с добавлением 10 г растертого азотнокислого аммония на 100 г смеси. Смесь хранят в закрытой полиэтиленовой посуде.

Кислота серная по ГОСТ 4204.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:5.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Аммоний азотнокислый по ГОСТ 22867.

Периодат калия (калий иоднокислый) по НД.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490.

Стандартные растворы оксида марганца (II):

Раствор А: 2,228 г марганцовокислого калия растворяют в мерной колбе вместимостью 1 $дм^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

1 $см^3$ раствора А соответствует 1 мг оксида марганца (II).

Раствор Б: отбирают 10 $см^3$ раствора А в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 $см^3$ раствора Б соответствует 0,01 мг оксида марганца (II).

## 5 Подготовка к анализу

5.1 Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью по 100 $см^3$ отбирают 3, 5, 7, 10, 15, 20 и 25 $см^3$ стандартного раствора Б, что соответствует 0,03; 0,05; 0,07; 0,10; 0,15; 0,20 и 0,25 мг оксида марганца (II), доводят до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность относительно раствора, не содержащего оксида марганца (II), на фотоэлектроколориметре в кюветах толщиной колориметрируемого слоя 50 мм, применяя светофильтр с областью светопропускания 540 — 570 нм.

5.2 Строят градуировочный график зависимости оптических плотностей растворов от соответствующих им масс оксида марганца (II) в миллиграммах.

## 6 Проведение анализа

6.1 Навеску пробы микроталька, талька или талькомагнезита массой 1 г помещают в платиновую чашку (тигель), перемешивают с 3 — 4 г смеси для сплавления и сплавляют 10 — 15 мин при температуре (875 ± 25) °С. Сплав охлаждают и растворяют в 45 — 50 $см^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:5, используя магнитную мешалку. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доливают водой до метки и перемешивают.

Полученный раствор используют для дальнейшего определения оксида марганца (II) и меди.

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ отбирают аликвотную часть 50 $см^3$ анализируемого раствора, приливают 15 — 20 $см^3$ воды, 2 $см^3$ серной кислоты, 5 $см^3$ ортофосфорной кислоты, добавляют 0,2 г периодата калия, накрывают часовым стеклом, нагревают до кипения и выдерживают при температуре, близкой к кипению 30 мин.

Если после 30 мин нагревания окраска не появилась, добавляют еще 0,1 г периодата калия и нагревают 30 мин. Раствор охлаждают, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре, как указано в 5.1.

6.2 В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

По оптической плотности по градуировочному графику находят массу оксида марганца (II) в миллиграммах.

## 7 Обработка результатов

7.1 Массовую долю оксида марганца (II) $X$, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V 100}{V_1 m 1000}, \quad (1)$$

где $m_1$ — масса оксида марганца (II), найденная по градуировочному графику, мг;

$V$ — объем исходного раствора, см$^3$;

$V_1$ — объем аликвотной части раствора, см$^3$;

$m$ — масса навески пробы, г.

7.2 Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 0,001 % при массовой доле оксида марганца (II) до 0,010 %.

УДК 622.354.3-492:546.723-31.06:006.354 МКС 73.080 А59 ОКСТУ 5709

Ключевые слова: тальк, талькомагнезит, микротальк, оксид марганца, фотометрический метод определения

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 27.08.2001. Подписано в печать 28.09.2001. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,43. Тираж 254 экз. С 2254. Зак. 920.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru